

File 351:Derwent WPI 1963-2008/UD=200860  
(c) 2008 Thomson Reuters

Set Items Description  
--- ---

? s pn=cn 1221583 or pn=cn 1435517

S1 1 PN=CN 1221583  
1 PN=CN 1435517  
2 PN=CN 1221583 OR PN=CN 1435517

? t s1/9/all

1/9/1  
DIALOG(R)File 351: Derwent WPI  
(c) 2008 Thomson Reuters. All rights reserved.

0014088922  
WPI Acc no: 2004-272568/200426  
XRAM Acc no: C2004-105900  
XRPX Acc No: N2004-215669

**Fiber for polyester group artificial hairs, has preset iron set, thermal contraction rate and flame retardance having specific limiting oxygen index**

Patent Assignee: KANEGAFUCHI CHEM IND CO LTD (KANF); KANEKA CORP (KANF)

Inventor: KOWAKI T; MASUDA T; SHIGA T; OWAKI T

Patent Family ( 5 patents, 3 & countries )

| Patent Number | Kind | Date     | Application Number | Kind | Date     | Update | Type |
|---------------|------|----------|--------------------|------|----------|--------|------|
| JP 2003221733 | A    | 20030808 | JP 200218121       | A    | 20020128 | 200426 | B    |
| CN 1435517    | A    | 20030813 | CN 2003103522      | A    | 20030128 | 200426 | E    |
| KR 2003064622 | A    | 20030802 | KR 20033199        | A    | 20030117 | 200426 | E    |
| JP 3895606    | B2   | 20070322 | JP 200218121       | A    | 20020128 | 200723 | E    |
| CN 1300396    | C    | 20070214 | CN 2003103522      | A    | 20030128 | 200749 | E    |

Priority Applications (no., kind, date): JP 200218121 A 20020128

Patent Details

| Patent Number | Kind | Lan | Pgs | Draw | Filing Notes                           |
|---------------|------|-----|-----|------|--|
| JP 2003221733 | A    | JA  | 11  | 0    |  |
| JP 3895606    | B2   | JA  | 16  |      | Previously issued patent JP 2003221733 |

**Alerting Abstract JP A**

NOVELTY - Fiber has endured iron set at 180(deg)C and thermal contraction rate of 5% or less at 200(deg)C. The fiber has flame retardance having limiting oxygen index of 25 or more.

USE - For polyester group artificial hairs.

ADVANTAGE - The fiber has excellent iron set property, set retainability, heat resistance, drip resistance and flame retardance.

**Technology Focus**

TEXTILES AND PAPER - Preferred Properties: The fiber has curl set at 80-200(deg)C, and has curl elongation ratio of 35% or less at 25(deg)C and 7 days, when curl set is carried out to the standing fiber. Preferred Fiber: The single fiber size of the fiber is 30-70 dtex, and the fiber comprises resin composition having melt viscosity of 50-300 Pa.seconds at shear rate of 600 second<sup>-1</sup> and 280(deg)C. The resin composition has melting point of 250(deg)C or more.

POLYMERS - Preferred Composition: The resin composition comprises 1-20 weight parts of flame retardant with respect to 100 weight parts of polymer components. The composition comprises 70 wt.% or more of polyalkylene terephthalate as polymer component and other polymer component is 10-30 wt.% of polyallylate, polyamide or polycarbonate, preferably polyallylate. The polyalkylene terephthalate is polyethylene terephthalate, polypropylene terephthalate or polybutylene terephthalate. The polyalkylene terephthalate is thermoplastic copolymerization polyalkylene terephthalate, which copolymerized the reaction type phosphorus base flame retardant. Preferred Flame retardant: The flame retardant is a phosphorus group compound, and is 0.05-15% with respect to polymer component by phosphorus atomic-weight conversion. The composition further comprises 0.05-5 weight parts of antioxidant, which is phosphite group compound.

**Title Terms /Index Terms/Additional Words:** POLYESTER; GROUP; ARTIFICIAL; HAIR; PRESET; IRON; SET; THERMAL; CONTRACT; RATE; FLAME; RETARD; SPECIFIC; LIMIT; OXYGEN; INDEX

**Class Codes**

| International Patent Classification |             |       |          |        |              |
|-------------------------------------|-------------|-------|----------|--------|--------------|
| IPC                                 | Class Level | Scope | Position | Status | Version Date |
| D01F-006/62                         |             |       | Main     |        | "Version 7"  |
| A41G-0003/00                        | A           | I     | F        | B      | 20060101     |
| A41G-0003/00                        | A           | I     | F        | R      | 20060101     |
| A41G-0005/00                        | A           | I     |          | R      | 20060101     |
| D01F-0006/84                        | A           | I     |          | R      | 20060101     |
| D01F-0006/92                        | A           | I     | L        | B      | 20060101     |

|              |   |   |   |   |          |  |  |  |
|--------------|---|---|---|---|----------|--|--|--|
| D01F-0006/92 | A | I | L | R | 20060101 |  |  |  |
| A41G-0003/00 | A | I | L |   | 20060101 |  |  |  |
| A41G-0005/00 | A | I | L |   | 20060101 |  |  |  |
| D01F-0006/84 | A | I | F |   | 20060101 |  |  |  |
| A41G-0003/00 | C | I | F | B | 20060101 |  |  |  |
| A41G-0003/00 | C | I | F | R | 20060101 |  |  |  |
| A41G-0005/00 | C | I |   | R | 20060101 |  |  |  |
| D01F-0006/84 | C | I |   | R | 20060101 |  |  |  |
| D01F-0006/92 | C | I | L | B | 20060101 |  |  |  |
| D01F-0006/92 | C | I | L | R | 20060101 |  |  |  |
| A41G-0003/00 | C | I |   |   | 20060101 |  |  |  |
| A41G-0005/00 | C | I |   |   | 20060101 |  |  |  |
| D01F-0006/84 | C | I |   |   | 20060101 |  |  |  |

File Segment: CPI; EngPI

DWPI Class: A23; A83; F01; F07; P21

Manual Codes (CPI/A-N): A05-E04E; A08-F03; A09-A01A; A12-C00C; F03-C03A; F03-C04; F04-C

Polymer Indexing

(01)

\*001\* 2004; E21 E00 D11 D10 D19 D18 D31 D76 D50; P0839-R F41 D01 D63;  
P1978-R P0839 D01 D50 D63 F41; H0293; S9999 S1070-R; H0317

\*002\* 2004; P0884 P1978 P0839 H0293 F41 D01 D11 D10 D19 D18 D31 D50 D63  
D76  
D90 F90 E21 E00; S9999 S1070-R; H0317

\*003\* 2004; P8173 P1978 P0839 H0293 F41 D01 D10 D11 D18 D19 D31 D50 D63  
D76  
D91 F90 E00 E21; S9999 S1070-R; H0317

\*004\* 2004; P0895 P1978 P0839 H0293 F41 D01 D11 D10 D19 D18 D31 D50 D63  
D76  
D92 F90 E21 E00; S9999 S1070-R; H0317

\*005\* 2004; P0851 P1978 P0839 H0293 F41 D01 D18 D63; S9999 S1070-R

\*006\* 2004; P0635-R F70 D01; S9999 S1070-R

\*007\* 2004; P0862 P0839 F41 F44 D01 D63; S9999 S1070-R

\*008\* 2004; ND10; B9999 B4897 B4740; B9999 B5550 B5505; B9999 B3907  
B3838  
B3747; B9999 B5254 B5243 B4740; B9999 B3612 B3554; B9999 B5607  
B5572;  
K9745-R; Q9999 Q9187 Q9165

\*009\* 2004; F52 F53 P- 5A; A999 A248-R; A999 A771

## Original Publication Data by Authority

China

**Publication No.** CN 1300396 C (Update 200749 E)

**Publication Date:** 20070214

**Assignee:** KANEGAFUCHI CHEM IND CO LTD; JP (KANF)

**Inventor:** SHIGA T

MASUDA T

OWAKI T

**Language:** ZH

**Application:** CN 2003103522 A 20030128 (Local application)

**Priority:** JP 200218121 A 20020128

**Original IPC:** A41G-3/00(I,CN,20060101,A,L) A41G-3/00(I,M,98,20060101,C) A41G-5/00(I,CN,20060101,A,L) A41G-5/00(I,M,98,20060101,C) D01F-6/84(I,CN,20060101,A,F) D01F-6/84(I,M,98,20060101,C)

**Current IPC:** A41G-3/00(A,I,CN,20060101,A,L) A41G-3/00(I,M,98,20060101,C) A41G-5/00(I,CN,20060101,A,L) A41G-5/00(I,M,98,20060101,C) D01F-6/84(I,CN,20060101,A,F) D01F-6/84(I,M,98,20060101,C)

**Publication No.** CN 1435517 A (Update 200426 E)

**Publication Date:** 20030813

**Assignee:** KANEGAFUCHI CHEM IND CO LTD; JP (KANF)

**Language:** ZH

**Application:** CN 2003103522 A 20030128 (Local application)

**Priority:** JP 200218121 A 20020128

**Original IPC:** D01F-6/84(A) A41G-3/00(B) A41G-5/00(B)

**Current IPC:** A41G-3/00(R,A,I,M,JP,20060101,20051220,A,F) A41G-3/00(R,I,M,JP,20060101,20051220,C,F) A41G-5/00(R,I,M,EP,20060101,20051110,A) A41G-5/00(R,I,M,EP,20060101,20051110,C) D01F-6/84(R,I,M,EP,20060101,20051110,A) D01F-6/84(R,I,M,EP,20060101,20051110,C) D01F-6/92(R,I,M,JP,20060101,20051220,A,L) D01F-6/92(R,I,M,JP,20060101,20051220,C,L)

## **Japan**

**Publication No.** JP 2003221733 A (Update 200426 B)

**Publication Date:** 20030808

**FLAME RETARDANT POLYESTER FIBER FOR ARTIFICIAL HAIR**

**Assignee:** KANEKA CORP (KANF)

KANEGAFUCHI CHEM IND CO LTD

**Inventor:** SHIGA TOYOHICO

MASUDA TOSHIYUKI

KOWAKI TOSHIHIRO

**Language:** JA (11 pages, 0 drawings)

**Application:** JP 200218121 A 20020128 (Local application)

**Original IPC:** A41G-3/00(-) D01F-6/92(A)

**Current IPC:** A41G-3/00(R,A,I,M,JP,20060101,20051220,A,F) A41G-3/00(R,I,M,JP,20060101,20051220,C,F) A41G-5/00(R,I,M,EP,20060101,20051110,A) A41G-5/00(R,I,M,EP,20060101,20051110,C) D01F-

6/84(R,I,M,EP,20060101,20051110,A) D01F-6/84(R,I,M,EP,20060101,20051110,C)  
D01F-6/92(R,I,M,JP,20060101,20051220,A,L) D01F-  
6/92(R,I,M,JP,20060101,20051220,C,L)

**Publication No.** JP 3895606 B2 (Update 200723 E)

**Publication Date:** 20070322

**Language:** JA (16 pages)

**Application:** JP 200218121 A 20020128 (Local application)

**Related Publication:** JP 2003221733 A (Previously issued patent)

**Original IPC:** A41G-3/00(B,I,H,JP,20060101,20070301,A,F) A41G-  
3/00(B,I,M,98,20060101,20070301,C) D01F-6/92(B,I,H,JP,20060101,20070301,A,L)  
D01F-6/92(B,I,M,98,20060101,20070301,C)

**Current IPC:** A41G-3/00(B,I,H,JP,20060101,20070301,A,F) A41G-  
3/00(B,I,H,JP,20060101,20070301,C,F) A41G-5/00(R,I,M,EP,20060101,20051110,A)  
A41G-5/00(R,I,M,EP,20060101,20051110,C) D01F-  
6/84(R,I,M,EP,20060101,20051110,A) D01F-6/84(R,I,M,EP,20060101,20051110,C)  
D01F-6/92(B,I,H,JP,20060101,20070301,A,L) D01F-  
6/92(B,I,H,JP,20060101,20070301,C,L)

## **Korea**

**Publication No.** KR 2003064622 A (Update 200426 E)

**Publication Date:** 20030802

**Language:** KO

**Application:** KR 20033199 A 20030117 (Local application)

**Priority:** JP 200218121 A 20020128

**Original IPC:** D01F-6/62(A)

**Current IPC:** D01F-6/62(A)

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl<sup>7</sup>

D01F 6/84

A41G 3/00 A41G 5/00



# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 03103522.1

[43] 公开日 2003 年 8 月 13 日

[11] 公开号 CN 1435517A

[22] 申请日 2003.1.28 [21] 申请号 03103522.1

[30] 优先权

[32] 2002.1.28 [33] JP [31] 018121/2002

[71] 申请人 钟渊化学工业株式会社

地址 日本大阪府大阪市

[72] 发明人 志贺丰彦 增田敏幸 小肋敏弘

[74] 专利代理机构 北京市柳沈律师事务所

代理人 范明娥 张平元

权利要求书 2 页 说明书 20 页

[54] 发明名称 阻燃性聚酯系人造头发用纤维

[57] 摘要

本发明提供的人造头发用纤维，除了可以保持作为聚酯纤维特长的耐热性、强度及伸长率等纤维特性以外，还满足人造毛发所要求的易定型性、定型保持性等，并具有现有的聚酯系人造头发用纤维所没有的耐流滴性、阻燃性。具有至少耐 180℃ 的烫发剪、并且 200℃ 的热收缩率在 5% 以下的耐热性，具有极限需氧指数 (LOI) 25 以上的阻燃性，而且，在 80 - 200℃ 的全部温度范围内可卷发定型，卷发定型的纤维在 25℃ 静置 7 天时的卷发伸长率在 35% 以下。

1. 一种聚酯系人造头发用纤维，其中具有至少耐 180℃ 的烫发剪、并且 200℃ 的热收缩率在 5% 以下，而且，具有极限需氧指数 LOI 25 以上的阻燃性。

2. 按照权利要求 1 中所述的聚酯系人造头发用纤维，其中，在 80-200℃ 的温度范围内可以卷发定型，卷发定型后的纤维在 25℃ 放置 7 天时的卷发伸长率在 35% 以下。

3. 按照权利要求 1 中所述的聚酯系人造头发用纤维，其中，构成纤维的树脂组合物熔融粘度，在断丝速度 600 秒<sup>-1</sup>、温度 280℃ 时为 50-300Pa·秒。

4. 按照权利要求 1 中所述的聚酯系人造头发用纤维，其中，构成纤维的树脂组合物熔点在 250℃ 以上。

5. 按照权利要求 1 中所述的聚酯系人造头发用纤维，其中，构成纤维的树脂组合物中的聚合物成分中，聚亚烷基对苯二甲酸酯在 70 重量%以上。

6. 按照权利要求 5 中所述的聚酯系人造头发用纤维，其中，上述聚亚烷基对苯二甲酸酯是选自聚对苯二甲酸乙二酯、聚对苯二甲酸丙二酯、聚对苯二甲酸丁二酯中的至少一种。

7. 按照权利要求 5 中所述的聚酯系人造头发用纤维，其中，上述聚亚烷基对苯二甲酸酯是反应型磷系阻燃剂共聚合得到的热塑性共聚合聚亚烷基对苯二甲酸酯。

8. 按照权利要求 5 中所述的聚酯系人造头发用纤维，其中，作为构成纤维的树脂组合物中的其他聚合物成分，至少含有一种选自多芳基化合物、聚酰胺、聚碳酸酯中的化合物。

9. 按照权利要求 5 中所述的聚酯系人造头发用纤维，其中，作为构成纤维的树脂组合物中的其他聚合物成分，含有多芳基化合物 10-30 重量%。

10. 按照权利要求 1 中所述的聚酯系人造头发用纤维，其中，构成纤维的树脂组合物，对聚合物成分总计 100 重量份含阻燃剂 1-20 重量份。

11. 按照权利要求 10 中所述的聚酯系人造头发用纤维，其中，上述阻燃剂是磷系化合物，换算成磷原子量对聚合物成分为 0.05-15 重量%。

12. 按照权利要求 1 中所述的聚酯系人造头发用纤维，其中，构成纤维的树脂组合物，对聚合物成分总计 100 重量份，含抗氧剂 0.05-5 重量份。

13. 按照权利要求 12 中所述的聚酯系人造头发用纤维, 其中, 抗氧剂是磷酸酯系。

14. 按照权利要求 1 中所述的聚酯系人造头发用纤维, 其单纤维纤度为 30-70 分特。



## 阻燃性聚酯系人造头发用纤维

## 5 技术领域

本发明涉及易定型性、定型保持性、耐热性、耐流滴性、且阻燃性优良的聚酯系人造头发用纤维。

## 背景技术

10 聚对苯二甲酸乙二酯或以聚对苯二甲酸乙二酯为主体的聚酯所构成的纤维，因为具有高熔点、高弹性率、优良的耐热性、耐药品性，广泛用作窗帘、铺垫织物、衣料、毛毯、床罩、台布、椅子铺料、墙壁装饰材料、人造头发、汽车内部装饰材料、屋外用增强材料、安全网等。

15 在发绀、假发、假毛、发带、玩具娃娃头发等头发制品中，以前，人发、作为人造头发采用改性聚丙烯腈、聚氯乙烯、聚酰胺、聚酯等。由于人毛来源困难，人造头发的重要性增加。作为人造头发原材料，要有合适的光泽、触感，从卷发和直发等各种形态特性的加工性方面考虑，采用改性聚丙烯腈或聚氯乙烯的多。并同时具有作为这种原料的阻燃性，但任一种耐热温度都不够。

20 上述种种头发制品，不仅要具有耐热性、阻燃性等原材料特性，而且，还要具有美容性、设计性、商品性，除直发的式样以外还要求能加工成卷发形状。这里，作为预卷发定型，在人造头发纤维的制造或后加工工序，采用干热或湿热的热源，在加热状态下使头发原料有卷发形状后，一般采用通过冷却定型的热定型法。

25 在耐热性较高的聚酯中，与耐热性低的改性聚丙烯腈、聚氯乙烯等同样，从较低温下进行预卷曲定型的操作性、成本性等方面考虑是优选的，一般在80~120℃左右的温度下进行。

另一方面，与此同时，假发及头发附件等的头饰制品，特别在编织时，在安放在头上，要加以卷发定型，多数用烫发剪而热定型。采用该烫发剪使  
30 一般的人发卷发定型时，使用150~180℃左右的高温。另外，在使用烫发剪中，采用温度可以控制的有线电烫操作繁杂，所以，多采用火炉式烫发剪。

该火炉式烫发剪，热源是火炉，利用在火炉室内加过热的烫发剪的余热，然而，当从火炉取出时，烫发剪的温度下降显著，所以，火炉内的温度必须经常保持在高温。因此，由于定型时的烫发剪温度管理粗略，所以，有时在比上述温度高的高温下使用。

- 5 结果是，在这种用途的制品中，当采用原来的耐热性低的合成纤维制成的头发时，采用烫发剪进行热定型时，在高温烫发剪作用下，由于合成纤维收缩而引起卷曲，或发生热变形，并且发生热熔粘，制品外观难看。

由于这些原因，希望人造头发用纤维在较低温度下可以预卷曲，同时，在采用烫发剪的高温下也可以卷曲定型。采用耐热性优良的聚酯纤维，其缺点10 是，作为其聚合物特性，较上述改性聚丙烯腈纤维及聚氯乙烯纤维硬，触感及光泽等像人工的，即不自然。

- 15 为了改善这些问题，作为原料聚合物的构成，例如在聚对苯二甲酸乙二酯中添加比较柔软的成分例如聚对苯二甲酸丁二酯等方法。该法在改善触感、光泽的同时，可在较低温度下进行卷发定型。然而，同时导致阻燃性和耐热性下降。

|如上所述，近几年来，有人提出采用比上述改性聚丙烯腈及聚氯乙烯耐热性优良的、以聚对苯二甲酸乙二酯为代表的聚酯作主成分的纤维的人造头发纤维。可是，聚酯纤维是可燃性材料，阻燃性不充分|

- 20 作为提高聚酯纤维阻燃性的方法，以前就有多种，例如，已知有：往聚酯纤维中共聚合含磷原子的阻燃单体的方法，以及使聚酯纤维含阻燃剂的方法。作为前者的共聚阻燃单体的方法，例如，特公昭 55-41610 号公报提出的使具有磷原子作为环成员的热稳定性良好的磷化合物进行共聚的方法，另外，特公昭 53-13479 号公报提出的共聚合羧基磷酸的方法，特开平 11-124732 号公报提出的在含多芳基化合物的聚酯中配合或共聚磷化合物的方法。25 法。

作为含后者阻燃剂的方法，特公平 3-57990 号公报提出在聚酯纤维中含有卤代环烷烃微粒的方法等，另外，特公平 1-24913 号公报提出包括含溴原子的烷基环己烷的方法等。

- 30 作为适于人造头发的这些阻燃化技术，例如，特开平 3-27105 号公报、特开平 5-339805 号公报等提出与磷化合物共聚的聚酯纤维。可是，由于人造头发要求高阻燃性，为了在人造头发中使用这些共聚合聚酯，其共聚合量必

须多，结果是，聚酯的耐热性大幅下降，熔融纺丝困难，在接近火焰时不发生着火燃烧，但是熔融、流滴，这是个问题。

另一方面，在使聚酯纤维中含阻燃剂的方法中，为了得到良好的阻燃性，必须在 150℃ 以上高温进行处理，或必须长时间进行处理，或者必须使用大量的阻燃剂，由于这些问题存在，造成纤维物理性质降低、生产性降低及制造成本上升等。

因此，除原来的聚酯纤维的物理性质以外，在聚酯纤维中，阻燃性和耐流滴性二者难以兼容，而且聚酯纤维本来具有的耐热性，特别是具有与人发同样程度的 160~200℃ 的高温下可以热定型的耐热性的人造头发还未得到。

本发明为了解决上述原有问题，提供一种可以保持耐热性、强伸长率等纤维物理性质，并在低温、高温下定型性优良，且具有阻燃性和耐流滴性，此前还没有阻燃性聚酯系人造头发用纤维。

## 15 本发明的公开

本发明人为了解决上述课题进行悉心探讨的结果发现，在以聚对苯二甲酸乙二酯作为主成分的聚酯系纤维中，可以得到全部满足人造头发要求的纤维。

具体的是，发现在聚对苯二甲酸乙二酯为主成分的聚酯中，把选自多芳基化合物、聚碳酸酯、聚酰胺中的至少一种聚合物和阻燃剂和磷酸酯系化合物进行熔融混炼得到的组合物进行纤维化，可以达到上述目的，或者，在反应型磷系阻燃剂共聚的热塑性共聚合聚对苯二甲酸乙二酯作为主成分的聚酯中，把选自多芳基化合物或聚碳酸酯、聚酰胺中的至少一种聚合物和磷酸酯系化合物进行熔融混炼得到的组合物进行纤维化，可以达到上述目的。完成本发明。

即，本发明涉及聚酯系人造头发用纤维，该纤维具有至少耐 180℃ 的烫头剪定型，且具有 200℃ 的热收缩率在 5% 以下的耐热性，另外，具有极限需氧指数(LOI)25 以上的阻燃性。

上述聚酯系人造头发用纤维，可在 80~200℃ 的温度范围卷发定型，卷发定型的纤维在 25℃ 静置 7 天时的卷发伸长率在 35% 以下是优选的。

构成上述聚酯系人造头发用纤维的树脂组合物熔融粘度，在断丝速度

600 秒<sup>-1</sup>、温度 280℃，达到 50~300Pa·秒是优选的。

构成上述聚酯系人造头发用纤维的树脂组合物熔点在 250℃ 以上是优选的。

构成上述聚酯系人造头发用纤维的树脂组合物中的聚合物成分，聚亚烷基对苯二甲酸酯占 70% 以上是优选的。

上述聚亚烷基对苯二甲酸酯，选自聚对苯二甲酸乙二酯、聚对苯二甲酸丙二酯、聚对苯二甲酸丁二酯中的至少一种是优选的。

上述聚亚烷基对苯二甲酸酯，是反应型磷系阻燃剂共聚合的热塑性共聚合聚亚烷基对苯二甲酸酯也可。

10 作为构成上述聚酯系人造头发用纤维的树脂组合物中其他的聚合物成分，含有至少一种选自多芳基化合物、聚酰胺、聚碳酸酯中的化合物是优选的。

作为构成上述聚酯系人造头发用纤维的树脂组合物中其他的聚合物成分，含多芳基化合物 10~30 重量%的是优选的。

15 而且，构成上述聚酯系人造头发用纤维的树脂组合物，对聚合物成分总计 100 重量份，阻燃剂含 1~20 重量份是优选的。

上述阻燃剂是磷系化合物，换算成磷原子量，对聚合物成分含 0.05~15 重量%是优选的。

20 构成上述聚酯系人造头发用纤维的树脂组合物，对聚合物成分总计 100 重量份，抗氧剂含 0.05~5 重量份是优选的。

上述抗氧剂，磷酸酯系是优选的。

上述聚酯系人造头发用纤维的单纤维纤度 30~70 分特(dtex)是优选的。

#### 实施本发明的最佳方案

25 本发明的人造头发用纤维，该纤维具有至少耐 180℃ 的烫发剪定型，且具有 200℃ 的热收缩率在 5% 以下的耐热性，另外，燃烧试验中具有极限需氧指数(LOI)25 以上的阻燃性。

更优选的是，在整个 80~200℃ 的温度范围内可卷发定型，卷发定型的纤维在 25℃ 放置 7 天时的卷发伸长率在 35% 以下，更优选达到 27% 以下的人造头发用纤维。这里的所谓在 80~200℃ 的全部温度范围内可以卷发，意指即使 80~100℃ 左右的低温可以预卷发，同时，具有耐 180~200℃ 左右高温

的耐热性，在高温可用烫发剪定型。

本发明的聚酯系纤维在 200℃ 的热收缩率在 5% 以下，优选 3% 以下。当 200℃ 的热收缩率大于 5% 时，高温下烫发剪定型时发生收缩，尺寸变短，有弯曲的倾向。

- 5       另外，本发明的聚酯系纤维的极限需氧指数(LOI)在 25 以上，优选 27 以上。当极限需氧指数小于 25 时，纤维的阻燃化不充分，在实际制品燃烧时，未达到安全地自己灭火的水平。

- 10       本发明的聚酯系纤维，由熔融粘度在断丝速度 600 秒<sup>-1</sup>、温度 280℃ 时达到 50~300Pa·秒的树脂组合物是优选的，更优选的熔融粘度是 50~240Pa·秒的范围。当熔融粘度低于 50Pa·秒时，熔融纺丝变得困难，得不到物理性质稳定的纤维，所以，完成后的头发制品接近火焰或者燃烧时，易发生熔融、流滴。另外，当熔融粘度超过 300Pa·秒时，熔融树脂粘度过高，熔融纺丝困难，难以得到稳定的纤维。

- 15       另外，高温时的热加工性，即，为了使采用上述烫发剪等得到的高温卷发定型性保持良好，由熔点 250℃ 以上的树脂组合物构成是优选的，更优选 255℃ 以上。

- 20       /本发明的聚酯系头发用纤维，是以聚酯作为主成分的纤维，只要具有上述特性即可而未作特别限定，然而，优选的是，在聚亚烷基对苯二甲酸酯或以聚亚烷基对苯二甲酸酯作为主成分的共聚合的聚酯(下面称作聚合物(A))  
和选自多芳基化合物(B1)、聚碳酸酯(B2)、或聚酰胺(B3)中的至少一种聚合物(下面称作聚合物(B))中，添加阻燃剂(C)及磷酸酯系化合物(D)进行熔融混炼得到的组合物进行纤维化。

- 25       另外，在作为上述聚合物(A)的反应型磷系阻燃剂共聚合的热塑性共聚合聚亚烷基对苯二甲酸酯和上述聚合物(B)中，添加上述磷酸酯系化合物  
(D)，进行熔融混炼而使得到的组合物进行纤维化也可以。

本发明所用的聚合物(A)优选是聚亚烷基对苯二甲酸酯及/或以聚亚烷基对苯二甲酸酯为主体的共聚合聚酯。

- 30       作为聚亚烷基对苯二甲酸酯，可以举出聚对苯二甲酸乙二酯、聚对苯二甲酸丙二酯、聚对苯二甲酸丁二酯。其中，从耐热性考虑，聚对苯二甲酸乙二酯是更优选的。

作为以聚亚烷基对苯二甲酸酯为主体的共聚合聚酯，是以上述聚亚烷基

对苯二甲酸酯作主成分、含有少量共聚成分的共聚合聚酯。这里的所谓主成分，系指聚合物(A)中，聚亚烷基对苯二甲酸酯占80摩尔%以上的聚酯。

作为共聚成分，可以举出对苯二甲酸、邻苯二甲酸、萘二羧酸、对苯二羧酸、偏苯三酸、均苯四酸、琥珀酸、戊二酸、己二酸、辛二酸、壬二酸、  
5 癸二酸、十二碳二酸等多元羧酸及其衍生物，5-硫代间苯二甲酸钠、5-硫代间苯二甲酸二羟基乙基钠等含磺酸盐的二羧酸及其衍生物，1,2-丙二醇、1,3-丙二醇、1,4-丁二醇、1,6-己二醇、新戊二醇、1,4-环己二甲醇、二甘醇、聚乙二醇、三羟甲基丙烷、季戊四醇、4-羟基苯甲酸、 $\epsilon$ -己内酯等。但又限于这些。

10 上述聚合物(A)的共聚合聚酯，只要在作为主体的聚亚烷基对苯二甲酸酯的主链中及/或侧链中，采用已知的方法缩聚上述共聚成分即可。

上述聚合物(A)优选选自聚对苯二甲酸乙二酯、聚对苯二甲酸丙二酯、聚对苯二甲酸丁二酯、共聚合的聚酯中的至少一种的混合物。另外，在这里，当聚对苯二甲酸丁二酯的含量高时，所得到的纤维的耐热性有降低的倾向，  
15 所以，聚合物总成分中有30重量%以下是更优选的。

另外，这些聚亚烷基对苯二甲酸酯在全部聚合物成分中达到70重量%以上是优选的，更优选80重量%以上。当聚亚烷基对苯二甲酸酯低于70重量%时，耐热性有降低的倾向。

上述聚合物(A)的固有粘度0.5-1.4是优选的，0.6-1.2是更优选的。固有  
20 粘度低于0.5时，所得到的纤维的机械强度下降，当高于1.4时，随着分子量增大，熔融粘度升高，熔融纺丝困难，或纤度出现不均匀的现象。

另外，在本发明中，作为上述聚合物(A)，可以采用反应型磷系阻燃剂共聚合得到的热塑性共聚聚亚烷基对苯二甲酸酯。所谓本发明所用的共聚合反应型磷系阻燃剂的热塑性聚亚烷基对苯二甲酸酯，系指芳香族二羧酸或其酯  
25 形成性衍生物、乙二醇或其酯形成性衍生物，以及缩聚反应型磷系阻燃剂得到的共聚合聚酯。

作为芳香族二羧酸或其酯形成性衍生物，可以举出对苯二甲酸、间苯二甲酸、邻苯二甲酸、萘二甲酸、对苯二羧酸等二羧酸及其衍生物，5-硫代间苯二甲酸钠、5-硫代间苯二甲酸二羟基乙基钠等含磺酸盐的二羧酸及其衍生物等。但是，不限于这些。  
30

作为二元醇及其酯形成性衍生物，可以举出1,2-丙二醇、1,3-丙二醇、

1,4-丁二醇、1,6-己二醇、新戊二醇、1,4-环己二醇、二甘醇、聚乙二醇及它们的衍生物等。但是,又不限于这些。

作为与上述二羧酸类、二醇类少量共聚合的成分,可以举出偏苯三酸、均苯四酸、琥珀酸、戊二酸、己二酸、辛二酸、壬二酸、癸二酸、十二碳二酸等多元羧酸及其衍生物,三羟甲基丙烷、季戊四醇、4-羟基苯甲酸、 $\epsilon$ -己内酯等。

上述反应型磷系阻燃剂,只要能与上述二羧酸类、乙二醇类共聚的均可以使用,例如,可以有二乙基-N,N-双(2-羟乙基)氨基甲基磷酸酯、2-甲基丙烯酰氧基乙基酸性磷酸酯、二苯基-2-甲基丙烯酰氧基乙基磷酸酯、三(3-羟丙基)膦、三(4-羟丁基)膦、三(3-羟丙基)氧化膦、3-(羟丁基)氧化膦、3-(羟苯基膦酰基)丙酸等含磷有机化合物及其衍生物等,这些化合物既可单独使用,也可2种或以上组合使用。

上述反应型磷系阻燃剂添加量,对热塑性聚酯100重量份,换算成磷原子量为0.01~8重量份,0.05~5重量份是更优选的,0.1~3重量份是尤其优选的。当添加量少于0.01重量份时,难以得到阻燃效果,而当多于8重量份时,机械特性受损。共聚合反应型阻燃剂的热塑性共聚合聚酯的制造,可采用已知的方法,二羧酸及其衍生物和二醇成分及其衍生物和反应型阻燃剂加以混合而进行缩聚的方法,以及热塑性聚酯用乙二醇等二元醇成分解聚,在解聚时与反应型阻燃剂混合,再度进行缩聚、而制得共聚体的方法等是优选的。

本发明所用的聚合物(B)是选自多芳基化合物(B1)、聚碳酸酯(B2)、聚酰胺(B3)中的至少1种聚合物,其中混合2种或以上使用也可。

上述多芳基化合物(B1),系指芳香族二羧酸成分和芳香族二醇成分构成的全芳香族聚酯,采用界面聚合法、溶液聚合法及熔融聚合法的任何一种方法均可制造。上述多芳基化合物(B1)成分,优选的是选自间苯二甲酸和其衍生物及/或对苯二甲酸和其衍生物,和芳香族二醇成分构成的多芳基化合物中的1种或2种以上的混合物,具体的是,作为上述B1成分的芳香族二羧酸成分,可以举出对苯二甲酸、间苯二甲酸、邻苯二甲酸、萘二甲酸、对苯二羧酸等多元羧酸及其衍生物等。另外,作为上述B1成分的芳香族二元醇成分,可以举出二元酚类、间苯二酚、氢醌、联苯酚、双(4-羟苯基)甲烷、双(4-羟苯基)醚、双(4-羟苯基)二苯基甲烷、2,2-双(4-羟苯基)丙烷等为代表的化合

物。其中，从容易得到等考虑，由对苯二甲酸和间苯二甲酸的混合物和 2, 2-双(4-羟苯基)丙烷构成的多芳基化合物是更优选的。

作为聚碳酸酯(B2)，可以举出芳香族聚碳酸酯、脂肪族聚碳酸酯、脂肪族-芳香族聚碳酸酯等。一般的可以举出 2,2-双(4-氧苯基)链烷烃系、双(4-氧苯基)醚、双(4-氧苯基)砜、双(4-氧苯基)硫或双(4-氧苯基)亚砜等双酚类构成的聚合物，或共聚物，根据目的，用卤素取代的双酚类的聚合物等，但是，在本发明中，从容易得到考虑，2,2-双(4-氧苯基)链烷烃系是优选的。

作为上述聚酰胺(B3)，可以举出尼龙 6、尼龙 66、尼龙 46、尼龙 69、尼龙 610、尼龙 612、尼龙 11、尼龙 12、聚间二甲苯己二酰二胺(尼龙 MXD6)的均聚物或它们的共聚物，或者混合物，其中，从耐热性等方面考虑，优选使用尼龙 66 均聚物。

另外，在本发明中，在聚合物总成分中所含多芳基化合物 10-30 重量%是优选的，含 15-20 重量%是更优选的。当多芳基化合物少于 10 重量%时，在燃烧时熔融，有易于流淌的倾向，高于 30%重量时有耐热性下降倾向。

在本发明中，为了满足作为人造头发用纤维的阻燃性，作为上述聚合物(A)，可以采用上述反应型磷系阻燃剂共聚合得到的热塑性共聚合的聚亚烷基对苯二甲酸酯，在不采用时，在上述聚合物成分中添加阻燃剂(C)是优选的。

本发明所用的阻燃剂(C)未作特别限定，通常可以采用一般采用的磷系阻燃剂，具体的可以举出磷酸酯系化合物、膦酸酯系化合物、次膦酸酯系化合物、氧化膦系化合物、亚膦酸酯系化合物、次膦酸酯系化合物、膦系化合物以及缩合磷酸酯系化合物等有机磷系化合物。另外，作为阻燃剂(C)，选自这些化合物中的至少 1 种是优选的，选自上述缩合磷酸酯系化合物中至少 1 种是更优选的。

另外，作为阻燃剂(C)，除上述有机磷系化合物以外，还可以采用卤代环烷烃化合物和芳香族系及芳香族醚系卤化物、双酚 A 骨架的卤化化合物、酰亚胺系卤化化合物、以卤化的聚苯乙烯等为代表的卤系化合物、上述卤系化合物和锑系化合物并用、其他已知的阻燃剂。

另外，作为上述聚合物(A)，在采用反应型磷系阻燃剂共聚合得到的热塑性共聚合聚亚烷基对苯二甲酸酯时，在不损害作为聚酯纤维的物理性质的范围内可以添加阻燃剂。

阻燃剂(C)的添加量，在不采用反应型磷系阻燃剂共聚合得到的热塑性



共聚合聚亚烷基对苯二酸酯作为聚合物(A)时,对聚合物(A)、聚合物(B)等聚合物成分总计 100 重量份,添加 1-20 重量份是优选的,更优选的是 5-10 重量份。阻燃剂(C)的添加量低于 1 重量份时,阻燃效果难以得到,当高于 20 重量份时,机械特性受损。另外,使用磷系阻燃剂作为阻燃剂(C)时,对聚合物成分合计 100 重量份,换算成磷原子量添加 0.05-15 重量份是优选的,添加 0.1-12 重量份是更优选的。磷系阻燃剂添加量低于 0.05 重量份时,阻燃效果难以得到,当高于 15 重量份时,机械特性受损。

由于聚酯系纤维是可燃性材料,阻燃性不好,特别是采用无阻燃性的一般聚酯系纤维,接近火焰就容易着火、燃烧蔓延、明显燃烧。另外,发生流滴,即伴随着树脂熔融而流滴,特别是在树脂装在头部的情况下非常危险。因此,采用本发明的聚酯纤维时,在聚合物(A)中分散聚合物(B),再使用阻燃剂进行适当阻燃化,可以避免流滴等问题。

在本发明中,采用聚合物(A)和聚合物(B)的混合物作为聚合物成分时,构成聚酯系纤维的树脂组合物的相结构为海岛结构,聚合物(A)的聚酯相是海,聚合物(B)是岛。在本发明的聚酯系人造头发用纤维中,为了使其在 80-200℃可以卷发定型,必须使上述聚合物(A)和聚合物(B)两成分不进行酯的交换反应,或不发生酯-酰胺交换反应,而且必须在保持纤维物理性质的状态下进行熔融混炼。即,必须防止由于酯交换反应、或酯-酰胺交换反应而使聚酯原来的耐热性、熔融粘度、以及强度的下降。

当上述聚合物(A)和聚合物(B)两成分进行熔融混炼时,通常引起酯交换反应或酯-酰胺交换反应。特别是,酯交换反应通常仅在 2 成分进行熔融混炼时发生,为了抑制发生而减少混炼时间时,不能形成均匀的细微分散,在采用充分的混炼时间时,交换反应发生,达到均匀混合,不会形成聚合物(B)分散的海岛结构。为了促进聚合物(B)的分散、抑制交换反应,在本发明中,作为具有酯交换反应控制能力的某些化合物,使用抗氧剂(D)是优选的,作为上述成分(D)采用磷酸盐系化合物是优选的。

作为上述磷酸盐系化合物,可以举出磷酸三辛酯、磷酸三癸酯等的磷酸三烷基酯类以及磷酸三苯酯、三(壬基苯基)磷酸酯、三(2,4-二(叔丁基)苯基)磷酸酯等的三芳基磷酸酯类以及二癸基苯基磷酸酯、癸基二苯基磷酸酯、辛基二苯基磷酸酯等烷基芳基磷酸酯类等磷酸酯系化合物。

抗氧剂(D)的添加量,对聚合物成分总计 100 重量份添加 0.05-5 重量份

是优选的,添加 0.1-3 重量份是更优选的。当抗氧剂(D)的添加量低于 0.05 重量份时,由于引起酯交换反应或酯-酰胺交换反应,机械性质降低以及得不到消光效果。当添加量高于 5 重量份时,耐热性及纤维的机械性质降低,或由于熔融粘度下降,在熔融纺丝加工时易引起断丝,工序变得不稳定。

- 5        在本发明中,采用聚合物(A)和聚合物(B)的混合物作为聚合物成分时,其重量比优选聚合物(A)/聚合物(B)=90/10-70/30 的范围,88/12-75/25 的范围更为优选。当聚合物(A)量高于上述范围时,纤维表面的凹凸少而小,消光效果得不到。另一方面,当聚合物(B)量高于上述范围时,由于引起酯交换反应或酯-酰胺交换反应,机械性质降低并得不到消光效果,或熔融粘度过高时,10 熔融纺丝困难。另外,作为聚合物成分,除聚合物(A)和聚合物(B)以外,组合使用其他聚合物成分也无妨。

本发明的聚酯系纤维的单纤维纤度为 30-70 分特,优选 40-60 分特。当单纤维纤度低于 30 分特时,触感过于柔软,卷发保持性有变弱的倾向,当高于 70 分特时,触感过硬,卷发保持力有过强的倾向。

- 15        构成本发明聚酯系纤维的树脂组合物制造方法,未作特别限定,例如,在聚合物(A)、聚合物(B)等聚合物成分中,根据情况与(C)成分、(D)成分干混合后,采用各种普通的混炼机进行熔融混炼的方法。作为混炼机的实例,有单螺杆挤出机、双螺杆挤出机、辊压机、班佰里混合机、捏合机等,优选双螺杆挤出机。

- 20        本发明的聚酯系纤维,可采用通常的熔融纺丝法制造。即,首先,把挤出机、齿轮泵、喷咀等温度调至 270-310℃,把上述树脂组合物进行熔融纺丝,在纺出的丝条通过纺丝筒后,冷却至玻璃化转变点以下,以 50-5000m/分的速度牵引未拉伸丝而得到。另外,把纺出的丝条放入冷却用水的水槽进行冷却,也可以进行纤度的控制。根据纺丝筒的温度及长度、冷却风的温度25 及吸入量、冷却水槽温度、冷却时间、牵引速度、喷出量及喷咀孔数进行适当调整。

- 所得到的未拉伸丝进行热拉伸,但拉伸可采用将未拉伸丝一次绕卷后进行拉伸的 2 工序法,以及不绕卷而连续进行拉伸的直接纺丝拉伸法的任何一种方法均可。热拉伸采用 1 段拉伸法或 2 段以上的多段拉伸法进行。作为热30 拉伸的加热手段,可以采用加热辊、加热板、蒸汽夹套装置、热水槽等,这些手段可以适当组合使用。

在上述热拉伸后进行热处理。在这样热处理前，根据需要，也可给予纺丝油剂，在热处理后给予纺丝油剂也行。在热处理时，可以采用与上述热拉伸情况同样的任意加热手段。把上述热拉伸工序得到的拉伸丝进行加紧或松弛，以及2种组合进行处理，借此，除去拉伸丝的残留收缩应力而使状态稳定，处理完成后的人造头发制品在实际卷发时可防止收缩加大，或防止弯曲。

作为热处理温度，优选在160~220℃进行，更优选180~200℃。当热处理温度低于160℃时，在超过160℃，特别是在180℃以上卷发定型时，即在用烫发剪等，收缩加大或变形，而在超过220℃的温度下，纤维软化，工序不稳定，产生纤维外观受损等问题。在本发明中，200℃时的热收缩率必须在5%以下，该热处理是重要的。

本发明的聚酯纤维加工条件，未作特别限定，与通常的聚酯纤维同样进行加工，然而，使用的颜料、染料及助剂等，优选使用耐气候性及阻燃性好的。

还有，在本发明的聚酯纤维中，根据需要，可以含有阻燃剂、耐热剂、光稳定剂、荧光剂、抗氧剂、抗静电剂、颜料、增塑剂、润滑剂等各种添加剂。

本发明的聚酯纤维，采用美容热器具(烫发剪等)的卷发定型性优良，卷发可良好保持。另外，采用纤维表面处理剂、柔顺剂等油剂，可具有触感、光泽，而更近似人的毛发。

另外，本发明的聚酯纤维作为人造毛发使用时，也可与改性聚丙烯腈、聚氯乙烯、尼龙等其他人造毛发组合使用。

#### 实施例

下面通过实施例具体地说明本发明，但本发明又不受这些实施例的局限。

还有，特性值的测定按下法进行。

#### 强度及伸长率

采用インテスコ社制造的INTESCO Model 201型，测定长丝的拉伸强度和伸长率。取长40mm的长丝1根，把长丝两端10mm粘贴在糊有粘合剂

的两面带上，用薄纸夹住，风干过夜，制成长 20mm 的试样。把试样装在试验机上，在温度 24℃、湿度 80%以下、荷重  $1/30\text{gf} \times \text{纤度(旦尼尔)}$ 、拉伸速度为 20mm/分的条件下进行试验，测定强度和伸长率。在同样条件下重复 10 次试验，其平均值作为长丝的强度和伸长率。

5

#### 热收缩性

采用セイコ-电子工业(株)制造的 SSC 5200H 热分析仪 TMA/SS150C，测定长丝的热收缩率。取长度 10mm 的长丝 10 根，施加 5.55mg/分特的荷重，以升温速度 3℃/分在 30~280℃的范围内测定，从其结果求出 200℃的热收缩率。

10

#### 极限需氧指数

称量 16cm/0.25g 的长丝，其端部用轻的两面带缠住，用悬式加捻器夹住进行绞合。在充分绞合后，在试样的正中一折为二，使 2 根绞结。端部用纤维带固定住，全长达到 7cm。于 105℃进行前干燥 60 分钟，再用干燥器干燥 30 分钟以上。把经过干燥的样品调整至规定的氧浓度，40 秒后拉制成 8-12mm，用点火器从上部点火，着火后撤离点火器。燃烧 5cm 以上或连续燃烧 3 分钟以上，测定氧浓度，在同样条件下重复试验 3 次，作为极限需氧指数。

15

#### 熔点

采用セイコ-电子工业(株)制造的 DSC220C 进行熔点测定。把长丝样品用切割器或剪刀切碎，精确称量 10mg，放在铝盘上固定在装置内。测定温度范围设定在 -20℃-340℃(实际测定范围是约 -10-290℃)，升温速度 20℃/分，测定时的氮气流量为 30ml/min。从所得到的图中求出最大溶解峰的峰尖值，以此作为熔点。

20

#### 熔融粘度

采用(株)东洋精机制作所制造的キャピログラフ进行测定。在试验速度 50mm/min、喷嘴孔半径 0.0500cm、滚筒半径 0.4775cm、滚筒温度 280℃的条件下进行测定，依下式算出熔融粘度。

25

30

$$\text{断丝压力 } r = P \cdot r / 2L = F \cdot r / 2 \pi R^2 L \quad (1)$$

$$\text{断丝速度 } r = 4Q / \pi r^3 = 4V / 60 \pi r^3 \quad (2)$$

$$\text{表观粘度 } \eta = \tau / \gamma \quad (3)$$

- (式中, P 为滚筒内压, F 为挤出荷重, R 为滚筒半径, r 为毛细管半径, L 为毛细管长度, Q 为流量值, V 为挤出量, v 为挤出速度)。

### 流滴性

- 把纤度约 50 分特的长丝 100 根束住, 其一端用夹钳夹住, 固定在架上, 使其垂下。20mm 的火焰接近固定的长丝, 使燃烧 100mm 长, 计数这时的流滴数, 流滴数小于 5 用○表示, 6-10 用△表示, 11 以上用 x 表示。

### 冷定型性

- 把 160mm/0.1g 的长丝拉直, 两端用胶带固定, 于 100℃加热 40 分钟。在冷却至室温后, 剪成 85mm, 对折, 两端用缝纫机线连结, 悬挂在 φ4mm 的棒上, 安上锤使荷重 6.7mg/分特, 于 30℃、60%RH 保持 24 小时。取下锤, 静置 5 分钟后, 切成 80mm, 测定长丝的弯曲(角度)状况。将其作为低温下易于弯曲的指标, 能恢复平直(180℃)的为最理想的。

### 卷发保持性

- 把制成下垂状的长丝卷在 φ32mm 的管上, 于 100℃进行卷发定型 60 分钟, 于室温下进行 60 分钟老化后, 把卷曲的长丝一端固定下垂, 测定长丝的初始长度、测定到达 7 天的长丝长度的随时间的变化。将其作为易于弯曲性、保持性的指标, 初始长度短、低温下可固定卷发、在较高温度下可以定型的是优选的。

- 另外, 静置 7 天后的卷发伸长率, 在上述卷发保持性评价中, 用下式计算的百分率表示:

(静置 7 天后的长丝长度-初始的长丝长度)÷初始的长丝长度×100。作为对长丝初始长度的相对保持性指标。

### 烫发剪定型性

烫发剪卷发定型、是卷发形状保持性的指标。把长丝用加热至 180℃的

烫发剪简单夹住，预热处理3次。这时用肉眼观察评价此时长丝之间的热粘性、梳通性、长丝的弯曲和断丝。然后，把预热的长丝卷绕在烫发剪上，保持10分钟，抽出烫发剪，用肉眼观察这时的易拔出性(杆移出性)、抽出时的卷发保持性。

5

#### 实施例 1-10

对于干燥至水分含量 100ppm 以下的聚酯和多芳基化合物或聚碳酸酯或聚酰胺的混合物 100 重量份，按表 1 中所示的比例混合作为磷系阻燃剂的缩合磷酸酯化合物、以及磷酸酯化合物，添加着色用的聚酯粒子 PESM6100 黑 (大日精化工(株)制造，炭黑含量 30%)1.5 重量份进行干混合后，供给挤压机，于 300℃ 进行熔融混炼，在粒化后干燥至水分含量达 100ppm 以下。然后，用具有喷嘴口径为 0.5mm 的圆形截面喷嘴的纺丝喷嘴，使熔融的聚合物喷出，在设置于喷嘴下 30mm 位置的水温 50℃ 的水浴中冷却，以 100m/分的速度卷绕，得到未拉伸丝。把得到的未拉伸丝在 80℃ 的热水浴中进行拉伸，制成 4 倍拉伸丝，采用加热至 200℃ 的加热滚筒，以 100m/分的速度卷绕，进行热处理，得到单纤维纤度 50 分特左右的聚酯系纤维(复丝)。

15

#### 实施例 11

对于干燥至水分含量 100ppm 以下的反应型磷系阻燃剂共聚合聚酯 (HUVIS 社制造的 PET、SBT-3)和多芳基化合物的混合物 100 重量份，按表 1 中所示的比例混合磷酸酯化合物，添加着色用的聚酯粒子 PESM6100 黑(大日精化工(株)制造，炭黑含量 30%)1.5 重量份进行干混合后，供给挤压机，于 300℃ 进行熔融混炼，在造粒后干燥至水分含量 100ppm 以下。然后，用具有喷嘴口径 0.5mm 的圆形截面喷嘴孔的纺丝喷嘴，使熔融的聚合物喷出，在设置于喷嘴下 30mm 位置的水温 50℃ 的水浴中冷却，以 100m/分的速度卷绕，得到未拉伸丝。把得到的未拉伸丝在 80℃ 的热水浴中进行拉伸，制成 4 倍拉伸丝，采用加热至 200℃ 的加热滚筒，以 100m/分的速度卷绕，进行热处理，得到单纤维纤度 50 分特左右的聚酯系纤维(复丝)。

25

#### 30 实施例 12

对于干燥至水分含量 100ppm 以下的聚酯和多芳基化合物的混合物 100 重

量份，按表 1 中所示的比例混合作为溴系阻燃剂的溴化聚苯乙烯以及磷酸酯系化合物，与实施例 1-8 同样操作，制得 50 分特的聚酯纤维(复丝)。

- 5 对实施例 1-12 中得到的纤维的熔融粘度、纤度、强度、伸长率、热收缩率、熔点的测定结果，作为阻燃性评价的极限需氧指数、作为流滴性评价结果以及作为人造毛发的评价的冷定型性、卷发保持性、烫发剪定型性的评价结果示于表 1。实施例 1-12 的任何一个均得到易定型性、定型保持性、耐热性、耐流滴性、阻燃性优良的聚酯系人造头发用纤维。

表 1

|                         | 実施例          |      |      |      |      |      |      |      |      |      |                   |      |
|-------------------------|--------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|-------------------|------|
|                         | 1            | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    | 7    | 8    | 9    | 10   | 11                | 12   |
| 聚对苯二甲酸乙二酯 <sup>*1</sup> | 90           | 85   | 70   | 55   | 50   | 55   | 85   | 85   | 85   | 85   | 85 <sup>*10</sup> | 85   |
| 聚对苯二甲酸丙二酯 <sup>*2</sup> |              |      |      | 30   |      | 15   |      |      |      |      |                   |      |
| 聚对苯二甲酸丁二酯 <sup>*3</sup> |              |      |      |      | 35   | 15   |      |      |      |      |                   |      |
| 聚芳酯 <sup>*4</sup>       | 10           | 15   | 30   | 15   | 15   | 15   | 15   | 15   |      |      | 15                | 15   |
| 聚碳酸酯 <sup>*5</sup>      |              |      |      |      |      |      |      |      | 15   |      |                   |      |
| 聚酰胺 <sup>*6</sup>       |              |      |      |      |      |      |      |      |      | 15   |                   |      |
| 磷系阻燃剂 <sup>*7</sup>     | 10           | 10   | 5    | 10   | 10   | 10   | 10   | 5    | 10   | 10   |                   |      |
| 溴系阻燃剂 <sup>*8</sup>     |              |      |      |      |      |      |      |      |      |      |                   |      |
| 磷酸酯系化合物 <sup>*9</sup>   | 1            | 1    | 1    | 1    | 1    | 1    | 3    | 3    | 1    | 1    | 1                 | 10   |
| 熔融粘度(Pa·sec)            | 102          | 142  | 220  | 100  | 92   | 94   | 134  | 156  | 110  | 118  | 90                | 104  |
| 纤度(dtex)                | 48           | 52   | 53   | 50   | 51   | 53   | 48   | 50   | 52   | 50   | 51                | 50   |
| 强度(cN/dtex)             | 2.1          | 1.8  | 2.0  | 1.8  | 1.7  | 1.8  | 2.3  | 2.2  | 2.2  | 1.8  | 2.1               | 2.2  |
| 伸长率(%)                  | 45           | 47   | 38   | 40   | 50   | 46   | 45   | 42   | 48   | 46   | 48                | 44   |
| 200℃收缩率                 | 2.6          | 3.6  | 2.4  | 3.9  | 4.5  | 3.6  | 2.1  | 2.0  | 3.4  | 3.0  | 3.5               | 2.2  |
| 极限需氧指数                  | 25.5         | 26.5 | 26.0 | 25.0 | 25.0 | 25.0 | 26.5 | 25.5 | 25.0 | 26.0 | 26.0              | 26.5 |
| 流滴性                     | ○            | ○    | ○    | ○    | △    | ○    | ○    | ○    | ○    | ○    | ○                 | ○    |
| 冷定型性(deg)               | 118          | 120  | 124  | 114  | 108  | 107  | 117  | 122  | 120  | 124  | 114               | 120  |
| 卷发保持性                   | 初 始 长 度 (cm) |      |      |      |      |      |      |      |      |      |                   |      |
|                         | 12.3         | 11.9 | 11.4 | 12.4 | 12.2 | 12.0 | 12.7 | 14.0 | 11.6 | 12.3 | 12.4              | 15.1 |
|                         | 7 日 后 (cm)   |      |      |      |      |      |      |      |      |      |                   |      |
|                         | 15.3         | 14.4 | 14.3 | 15.3 | 15.1 | 14.7 | 16.1 | 17.3 | 14.3 | 15.0 | 15.6              | 17.6 |
| 烫发剪定型性                  | 伸 长 率 (%)    |      |      |      |      |      |      |      |      |      |                   |      |
|                         | 24.4         | 21.0 | 25.4 | 23.4 | 23.8 | 22.5 | 26.8 | 23.6 | 23.3 | 22.0 | 25.8              | 16.6 |
| 熔点(℃)                   | ○            | ○    | ○    | ○    | ○    | ○    | ○    | ○    | ○    | ○    | ○                 | ○    |
| 253                     | 253          | 252  | 251  | 251  | 250  | 251  | 253  | 253  | 251  | 250  | 250               | 253  |

\*1: カネボウ合繊(株)制、ペルベット EFG-85A

\*2: シェルクミカル(株)制、コルテラ CP513000

\*3: 三菱エンジニアリングプラスチックス(株)制、ノバドウル 5510S

\*4: コニチカ(株)制、UポリマーU-100

\*5: 出光石油化学(株)制、タフロン#1900

\*6: 宇部興産(株)制、メイロン 66 2020U

\*7: 縮合磷酸酯化合物

\*8: 溴代聚苯乙烯

\*9: 旭電化工業(株)制、アデカスタブ PEP-36

\*10: HUVIS 社制難燃 PET、SBT-3



## 比较例 1

把干燥至水分含量 100ppm 以下的聚对苯二甲酸乙二酯和多芳基化合物按表 2 中所示的比例进行混合, 对该混合物 100 重量份, 按表 2 中所示的比例混合缩合磷酸酯化合物以及磷酸酯系化合物, 添加着色用的聚酯粒子

- 5 PESM6100 黑(大日精化工业(株)制造, 炭黑含量 30%)1.5 重量份进行干混合, 供给挤压机, 于 300℃进行熔融混炼, 在造粒后干燥至水分含量 100ppm 以下。然后, 用具有喷咀口径 0.5mm 的圆形断面喷孔的纺丝喷咀, 使熔融的聚合物喷出, 在设置于喷咀下 30mm 位置的水温 50℃的水浴中冷却, 以 100m/分的速度卷绕, 得到未拉伸丝。把得到的未拉伸丝在 80℃的热水浴中进行拉伸, 制成 4 倍拉伸丝, 采用加热至 200℃的加热滚筒, 以 100m/分的速度卷绕, 进行热处理, 得到单纤维纤度 52 分特左右的聚酯系纤维(复丝)。可是, 作为阻燃性评价的极限需氧指数、200℃时的收缩率、流滴性均满足的纤维无法得到。

## 15 比较例 2

除了把干燥至水分含量 100ppm 以下的聚对苯二甲酸乙二酯、聚对苯二甲酸丁二酯和多芳基化合物按表 2 中所示的比例进行混合以外, 与比较例 1 同样操作, 得到单纤维纤度 50 分特左右的聚酯系纤维(复丝)。可是, 得到的纤维, 作为人造毛发评价的卷发保持力稍差, 易流滴, 在烫发剪作用下纤维发生弯曲、热熔粘, 杆移出性差等。

- 20

## 比较例 3

除了采用聚对苯二甲酸乙二酯 65 重量份、多芳基化合物 35 重量份以外, 与比较例 1 同样制得聚酯纤维(复丝), 但是, 由于熔融粘度高、压力上升, 无法从纺丝喷咀喷出纤维。

- 25

## 比较例 4

除了采用聚对苯二甲酸乙二酯 80 重量份、多芳基化合物 20 重量份以外, 与比较例 1 同样制得单纤维纤度 48 分特的聚酯纤维(复丝), 但是, 作为阻燃性评价的极限需氧指数、流滴性均满足的纤维无法得到。

- 30

## 比较例 5

除了采用聚对苯二甲酸乙二酯 80 重量份、多芳基化合物 20 重量份，添加磷系阻燃剂 30 份以外，与比较例 1 同样制得单纤维纤度 51 分特的聚酯纤维(复丝)，但是，作为阻燃性评价的极限需氧指数高、燃烧时流滴，另外，  
5 烫发剪定型时的纤维弯曲及热熔粘，柱移出性均满足的纤维无法得到。

## 比较例 6

除了采用聚对苯二甲酸乙二酯 85 重量份、多芳基化合物 15 重量份，未添加磷酸盐系化合物以外，与比较例 1 同样制得单纤维纤度 50 分特的聚酯  
10 纤维(复丝)，但是，熔点大大下降，燃烧时流滴，另外，烫发剪定型性的纤维弯曲及热熔粘、柱移出性均满足的纤维无法得到。

对比较例 1-6 中得到的纤维的强度及伸长率、热收缩率的测定结果，作为阻燃性评价的极限需氧指数、流滴性评价结果以及作为人造毛发的评价的冷定型性、卷发保持力、烫发剪定型性的评价结果示于表 2。比较例 1-6 的  
15 任何一个均未得到作为目的的聚酯系人造头发用纤维。

表 2

|                         | 比较例      |      |     |      |      |      |
|-------------------------|----------|------|-----|------|------|------|
|                         | 1        | 2    | 3   | 4    | 5    | 6    |
| 聚对苯二甲酸乙二酯 <sup>*1</sup> | 95       | 50   | 65  | 80   | 80   | 85   |
| 聚对苯二甲酸丙二酯 <sup>*2</sup> |          |      |     |      |      |      |
| 聚对苯二甲酸丁二酯 <sup>*3</sup> |          | 40   |     |      |      |      |
| 聚芳酯 <sup>*4</sup>       | 5        | 10   | 35  | 20   | 20   | 15   |
| 磷系阻燃剂 <sup>*5</sup>     | 10       | 10   | 10  |      | 30   | 10   |
| 溴系阻燃剂 <sup>*6</sup>     |          |      |     |      |      |      |
| 磷酸酯系化合物 <sup>*7</sup>   | 1        | 1    | 1   | 1    | 1    |      |
| 熔融粘度(Pa·sec)            | 98       | 74   | 310 | 148  | 56   | 152  |
| 纤度(dtex)                | 52       | 50   | -   | 48   | 51   | 50   |
| 强度(cN/dtex)             | 2.1      | 2.1  | -   | 2.2  | 2.0  | 2.4  |
| 伸长率(%)                  | 49       | 39   | -   | 45   | 47   | 48   |
| 200℃收缩率                 | 5.3      | 3.2  | -   | 4.5  | 3.8  | 10.4 |
| 极限需氧指数                  | 24.0     | 25.0 | -   | 23.0 | 27.0 | 25.0 |
| 流动性                     | △        | △    | -   | △    | X    | X    |
| 冷定型性(deg)               | 112      | 105  | -   | 115  | 110  | 116  |
| 卷发保持性                   | 初始长度(cm) | 14.5 | -   | 12.6 | 13.5 | 14.1 |
|                         | 7日后(cm)  | 18.2 | -   | 14.8 | 17.3 | 16.6 |
|                         | 伸长率(%)   | 25.5 | -   | 17.5 | 28.1 | 17.7 |
| 烫发剪定型性                  | ○        | X    | -   | ○    | X    | X    |
| 熔点(℃)                   | 253      | 249  | -   | 251  | 245  | 233  |

\*1: カネボウ合纤(株)制、ペルベツト EFG-85A

\*2: シェルケミカル(株)制、コルテラ CP513000

\*3: 三菱エンジニアリングプラスチック(株)制、ノバドウル 5510S

\*4: コニチカ(株)制、U ポリマー U-100

\*5: 缩合磷酸酯化合物

\*6: 溴代聚苯乙烯

\*7: 旭电化工业(株)制、アデカスタブ PEP-36

### 工业上利用的可能性

按照本发明，除了是聚酯纤维特长的耐热性、强伸长度等纤维特性可以保持以外，能满足易定型性、定型保持性等的人造头发所要求的特性，还可以得到现有的聚酯系人造毛发用纤维所没有的耐流滴性、阻燃性等。